

1/9/1  
DIALOG(R) File 347: JAPIO  
(c) 2004 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

02329934  
PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER

PUB. NO.: ~~62-246834~~ [JP 62246834 A]  
PUBLISHED: October 28, 1987 (19871028)  
INVENTOR(s): OMAE TOSHIKAZU  
HAYASHI TOKUJI  
TANAKA HIROYUKI  
APPLICANT(s): MITSUBISHI CABLE IND LTD [000326] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)  
APPL. NO.: 61-089128 [JP 8689128]  
FILED: April 17, 1986 (19860417)  
INTL CLASS: [4] C03B-037/012; C03B-020/00; G02B-006/00  
JAPIO CLASS: 13.3 (INORGANIC CHEMISTRY -- Ceramics Industry); 29.2 (PRECISION INSTRUMENTS -- Optical Equipment)  
JAPIO KEYWORD: R012 (OPTICAL FIBERS)  
JOURNAL: Section: C, Section No. 489, Vol. 12, No. 128, Pg. 20, April 20, 1988 (19880420)

#### ABSTRACT

PURPOSE: To obtain a base material for optical fiber wherein a preform nearly free from scattering loss of light is produced by allowing denaturing treatment gas for the surface of glass to flow through the gap of a glass tube and a glass rod and also heating them at high temperature

CONSTITUTION: In such a case that a quartz glass tube is heated by a burner from the outside while being rotated and gas for forming the cladding is passed to the inside of the quartz glass tube and a cladding layer is formed on the inner surface thereof and thereafter a quartz glass rod is inserted and provided and both the glass tube and the glass rod are integrally fused to produce a base material for optical fiber, the following treatment is performed. Before the above-mentioned fusion into one body, denaturing treatment gas for the surface of glass is allowed to flow through the gap of the glass tube and the glass rod and also these are heated at high temperature and thereby the surfaces of the glass tube and the glass rod are subjected to denaturing treatment. Further, as the above-mentioned denaturing treatment gas for the surface of glass, gas containing  $\geq 80\text{vol}\%$  chlorine is used.

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-246834

⑥Int.Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ④公開 昭和62年(1987)10月28日  
C 03 B 37/012 A-8216-4G  
20/00 7344-4G  
// G 02 B 6/00 S-7370-2H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

⑰特 願 昭61-89128

⑱出 願 昭61(1986)4月17日

⑲発 明 者 御 前 俊 和 伊丹市池尻4丁目3番地 大日本電線株式会社伊丹工場  
内  
⑲発 明 者 林 徳 治 伊丹市池尻4丁目3番地 大日本電線株式会社伊丹工場  
内  
⑲発 明 者 田 中 紘 幸 伊丹市池尻4丁目3番地 大日本電線株式会社伊丹工場  
内  
⑲出 願 人 三菱電線工業株式会社 尼崎市東向島西之町8番地  
⑲代 理 人 弁理士 朝日奈 宗太 外1名

## 明 細 書

## 方法。

## 1 発明の名称

光ファイバ母材の製造方法

## 2 特許請求の範囲

1 石英系ガラスチューブを回転させながら、外部よりバーナで加熱し、石英系ガラスチューブ内にクラッド形成ガスを通して該石英系ガラスチューブ内面にクラッド層を形成させたのち、石英系ガラスロッドを挿入設置し、ガラスチューブとガラスロッドを融着一体化して光ファイバ母材を製造するにあたり、前記融着一体化に先だって、ガラスチューブとガラスロッドとの間隙にガラス表面変性処理ガスを流すとともに高温度に加熱してガラスチューブとガラスロッドの表面を変性処理することからなり、かつ前記ガラス表面変性処理ガスが塩素を80容量%以上含有したものであることを特徴とする光ファイバ母材の製造

## 3 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は光ファイバ母材の製造方法に関する。さらに詳しくは、改良された石英系ガラスからなる光ファイバ母材のロッドインチューブ法(以下、MRT法という)による光ファイバ母材の製造方法に関する。

## 〔従来の技術〕

一般に光ファイバの製造は、光ファイバ母材を製造し、これを加熱線引きするという工程を経ることにより行なわれており、光ファイバの特性は線引き技術が不適切でない限り、光ファイバ母材の特性によってほとんど決定される。

光ファイバ母材の製造方法としては、一般に内付け法、外付け法やロッドインチューブ法(以下、RT法という)などが知られている。

近年、寸法精度が高く、研磨されたガラスロッドとガラスチューブとを単に融着一体化して

母材を製造することができ、大サイズの、しかも寸法精度の高い母材をうることが比較的容易であり、内付け法におけるようなコアの偏心、真円度の低下などの問題が少ないなどの点からRT法が採用されてきている。

しかしながら、RT法によるばあいの重大な難点は、光の吸収損失の原因となるOH基をコアとクラッドとの界面に含有されない母材を製造することが難かしく、このため内付け法によってえられるような低損失の光ファイバをうることが困難であるということにある。

そこで従来よりRT法において、コアとクラッドとの界面に水蒸気含有されない母材を製造するための研究がなされてきており、ある程度その改善がみられるようになってきている。

たとえば、特開昭 60-112635号公報には、コラプス中孔が水素および水素化合物をほぼ含まない乾燥した雰囲気中にさらされるようにしてプリフォームのガラス管状母材の孔をコラプスする段階からなり、雰囲気は塩素および酸素から

を形成させたのち、石英系ガラスロッドを挿入設置し、ガラスチューブとガラスロッドを融着一体化して光ファイバ母材を製造するにあたり、前記融着一体化に先だって、ガラスチューブとガラスロッドとの間隙にガラス表面変性処理ガスを流すとともに高温度に加熱してガラスチューブとガラスロッドの表面を変性処理することからなり、かつ前記ガラス表面変性処理ガスが、塩素を80容量%以上含有したものであることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法に関する。

#### 〔作用〕

本発明は石英系ガラスチューブ内面にクラッド形成ガスを通してクラッド層を形成させたのち、石英系ガラスロッドを挿入設置し、ガラスチューブとガラスロッドとの間隙にガラス表面変性処理ガスを流すとともに高温度に加熱してガラスチューブとガラスロッドとの表面に変性処理を施すことにより、初めて光の散乱損失のほとんどない光ファイバ母材を製造することを可能としたものである。そして、本発明の光フ

なる雰囲気であり、他の成分は10容量%以下であり、30~75容量%の範囲の塩素を含み、ドーピングされた石英コアを有し充実した断面を有するガラス光ファイバプリフォームの製造方法が記載されている。

#### 〔発明が解決しようとする問題点〕

上記公報に記載されている製造方法は、雰囲気ガス中に含有される塩素濃度は30~75容量%であり、該塩素濃度が前記範囲外であるばあいには光の散乱損失が増大する難点がある。

そこで本発明者らは、上記のような従来のガラス光ファイバプリフォームの欠点である光の散乱損失が、ほとんどない光ファイバ母材を見出すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明に到達するに至った。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

すなわち本発明は、石英系ガラスチューブを回転させながら、外部よりバーナで加熱し、石英系ガラスチューブ内にクラッド形成ガスを通して該石英系ガラスチューブ内面にクラッド層

ファイバ母材の製造においては、大サイズの母材をうることが比較的容易であり、かつ寸法精度が高いというRT法の長所がそのまま生かされるので、本発明によれば低損失の光ファイバを効率よく、かつ高い歩留りで比較的容易に製造することが可能となり、したがって本発明の光ファイバ母材の製造方法は低損失光ファイバの量産技術として優れたものである。

#### 〔実施例〕

本発明においては、石英系ガラスチューブ内にクラッド形成ガスを通してクラッド層を形成させ、該チューブ内に石英ガラス系ガラスロッドを挿入し、融着一体化するに先だって、ガラスロッドとガラスチューブとの間隙に前記したガラス表面変性処理ガスを流し、高温度でガラスロッドとガラスチューブとの各表面を変性処理し、かかる特定の変性処理を施したのち引き続いてガラスチューブをコラプスすることによりガラスロッドとガラスチューブとを融着一体化することにより光ファイバ母材がえられる。

本発明において用いられる石英系ガラスチューブはえられる光ファイバ母材のサポートを形成するものである。

この石英系ガラスチューブを回転させながら、外部よりバーナで加熱し、該石英系ガラスチューブ内にクラッド層形成ガスを通してクラッド層が形成される。

クラッド層形成ガスはガラス原料ガスとドーパントソースガスからなるが、石英系ガラスロッドと形成されたクラッド層との屈折率の差が所定の値となるようにするために、その混合比率が調整される。

ガラス原料ガスとしては、 $\text{SiH}_4$ 、 $\text{SiH}_3\text{Cl}$ 、 $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{SiHCl}_3$ 、 $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{SiH}_3\text{Br}$ 、 $\text{SiH}_2\text{Br}_2$ 、 $\text{SiHBr}_3$ 、 $\text{SiBr}_4$ 、 $\text{SiH}_3\text{I}$ 、 $\text{SiH}_2\text{I}_2$ 、 $\text{SiHI}_3$ 、 $\text{SiI}_4$ 、 $\text{SiH}_3(\text{OCH}_3)$ 、 $\text{SiH}_2(\text{OCH}_3)_2$ 、 $\text{SiH}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ などのシラン化合物または気化性のシラン誘導体など、またドーパントソースガスとしては、フッ素をドーブするばあいには  $\text{CCl}_3\text{F}$ 、 $\text{CCl}_2\text{F}_2$ 、

$\text{CClF}_3$ 、 $\text{CF}_4$ などのフレオン類、 $\text{ClF}$ 、 $\text{ClF}_3$ 、 $\text{BF}$ などのフレオン相互の化合物、 $\text{SF}_6$ 、 $\text{F}_2$ 、 $\text{F}_2\text{O}$ 、 $\text{SiF}_4$ などが、またホウ素をドーブするばあいには、 $\text{BH}_3$ 、 $\text{BH}_2\text{Cl}$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{BH}_2\text{Br}$ 、 $\text{BBR}_3$ 、 $\text{BH}_2\text{I}$ 、 $\text{BHl}_2$ 、 $\text{BI}_3$ などのボランまたは気化性のボラン誘導体が用いられる。

また本発明において、フッ素とホウ素がドーブされた $\text{SiO}_2$ のストを形成せしめるために用いるドーパントソースガスとしては、上記のフッ素化合物ガスおよびホウ素化合物ガスを同時に用いてもよいが、フッ素とホウが同時にスト中にドーブされるためには、ドーパントソースガスとしては $\text{BF}_3$ を用いるのが好ましい。

またドーパントソースガスには、さらにチッ素、アルゴン、ヘリウム、酸素、水素などの他のガスを混合してもよい。

上記クラッド形成ガスは石英系ガラスチューブに導入されるが、該石英系ガラスチューブは、散乱損失の一段と少ない光ファイバを製造するために、前もってフッ酸水溶液などで処理した

のち純水清浄するなどの方法により表面が清浄にしたものが好ましい。それら処理、洗浄の際には超音波による洗浄を併用してもよい。

上記石英系ガラスチューブ内にクラッド形成ガスを通しての加熱は、通常該石英系ガラスチューブ外面を酸水素バーナなどのバーナにより該ガラスチューブ内面にクラッド層を形成せしめるために1400～1900℃、なかんづく1500～1700℃に加熱するのが好ましい。

なお、石英系ガラスチューブ内にクラッド層を均一に形成させるためには、該ガラスチューブを適度に回転させるとともにバーナを該ガラスチューブ方向に適宜往復移動させるのが好ましい。

該ガラスチューブの加熱方法の一例としては、ガラスロッドを回転させながら、酸水素バーナなどの加熱源を前記ガラスロッドと平行にゆっくり往復または反復移動させつつ加熱する方法があげられる。この加熱源を移動する加熱方式は、本発明においてはとくに好ましいものであ

って、そのばあい加熱源の移動速度は約10～500mm/分、なかんづく約100～200mm/分程度が好ましい。

かくして石英系ガラスチューブ内にクラッド層が形成されるが、該クラッド層の厚さはえられる光ファイバ母材の用途などによって異なるので一概には決定することはできないが、通常0.5～3mmとなるように調整される。

本発明に用いられる石英系ガラスロッドはえられる光ファイバ母材のコアを形成するものである。

この石英系ガラスロッドとしては、 $\text{Ca}$ 、 $\text{Fe}$ 、 $\text{Co}$ 、 $\text{Cr}$ などのような光伝送損失を大とならしめるような不純物の含有率が、たとえば10ppm以下の通常使用されている石英ガラスを使用する。

なお、この石英系ガラスロッドには、散乱損失の一段と少ない光ファイバを製造するために、前もって上記石英ガラスチューブを洗浄するのと同様にして清浄にしたものが好ましい。

つぎにクラッド層が形成された石英系ガラスチューブ内に石英系ガラスロッドを挿入設置したのち、該ガラスチューブとガラスロッドとの間隙にのちに詳記するガラス表面変性処理ガスを流しながら、該ガラスロッド外表面を加熱することにより、該ガラスロッドの表面と該ガラスチューブ内に形成されたクラッド層表面の変性処理をする。この変性処理は低温で行なうと変性が不十分となり、本発明の目的が達成されないで、少なくとも1000℃、好ましくは少なくとも1200℃、より好ましくは少なくとも1400℃の温度で行なうのがよい。ここで変性処理温度はチューブの外表面の温度を表わす。前記温度以上の高温度で変性処理をおこなってもさしつかえないが、使用するガラスロッド、ガラスチューブあるいはガラスチューブ内に形成されたクラッド層の種類によっては、それらの分布などが大きく変化することがあるので、2000℃以下の温度で行なうのが好ましい。

前記ガラスロッドとガラスチューブの加熱は

にとりこまれることがなくなり、そのOH基による吸収損失が小さくなるので、低損失の光ファイバをうることができる。用いるガラス表面変性処理ガスの塩素含有率が高いほど前記OH基による吸収損失が小さいので、本発明で用いるガラス表面処理ガスとしては塩素含有率が80容量%以上のものが好ましい。

前記ガラス表面変性処理ガスの塩素以外のガス成分としては、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガス、酸素があげられるが、これらの不活性ガスや酸素は、ガラス表面変性処理ガスの希釈剤として使用され、ガラス表面変性処理ガス中に20容量%未満含有されるのであれば不活性ガスおよび酸素の組成比はいかなるものであってもよい。

本発明においては、ガラスロッドおよびクラッド層が形成されたガラスチューブ内面のごく表面層を変性するのみで十分な効果がある。変性処理に要する時間はガラス表面変性処理ガス中の塩素濃度、ガラス表面変性処理ガスの全圧、

任意の方法で行なうことができ、たとえばガラスロッドとガラスチューブとをガラスロッドの中心軸のまわりに回転させながら、酸水素バーナなどの加熱源を前記ガラスロッドの中心軸と平行にゆっくり往復または反復移動させつつ加熱する方法によってもよい。この加熱源を移動する加熱方式は、本発明においてはとくに好ましいものであって、そのばあい加熱源の移動速度は約10～500mm/分、なかんづく約100～200mm/分程度が好ましく、加熱源の移動の間ガラスロッドおよびガラスチューブは、加熱源により加熱されている部分のガラスチューブおよびその内側のガラスロッドが円周方向に所定濃度に均一に加熱されるのに十分な速度、たとえば約10～100rpmで回転させるのが好ましい。

本発明に用いるガラス表面変性処理ガスは、塩素を80容量%以上含有するものである。

ガラス表面変性処理ガスとして塩素含有率が80容量%以上のものを用いると、変性処理の際にOH基がガラスロッドとガラスチューブの表面

流量などによって変化し、塩素濃度が高く、全圧、流量が大きいほど短時間ですむ傾向にあるが、ガラス表面変性処理ガスの全圧が500～1000mmHg、その流量が50～2000ml/分、ガラス表面変性処理ガス中に塩素が80容量%以上含有されるばあいにおいて、前述の加熱源を移動させる加熱方式のばあいには、前述した移動速度範囲で加熱源を必要回数反復または往復移動させればよい。その反復または往復回数は通常1～20回程度である。

前述のごとくに変性処理したガラスロッドとガラスチューブはひきつづき融着一体化される。この融着一体化は常法にしたがって行なえばよく、たとえばガラスロッドとガラスチューブの両者の中心軸が一致するように配置して同期回転させながら、酸水素バーナなどの加熱源でガラスチューブの外表面を1900～2300℃程度に加熱し、熱とバーナの塩圧でガラスチューブを潰し、両者を融合密着せしめる。かくして本発明における光ファイバ母材がえられる。

本発明の製造方法により製造された光ファイバ母材からの光ファイバの製造は常法にしたがって行なえばよく、たとえば光ファイバ母材を電機炉などで2000～2300℃程度に加熱しながら、10～100m/分程度の速度で線引きし、外径100～200 $\mu$ m程度のファイバとする。

つぎに本発明の光ファイバ母材の製造方法を実施例および比較例をあげて説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

#### 実施例1～4および比較例1～3

表面が清浄された石英ガラスチューブ（内径24mm）を60rpmの速度で回転させながら、外部より酸水素バーナで約1800℃に加熱したクラッド形成ガスを第1表に示されるように調整して所定の時間順次通しガラスチューブ内面にクラッド層を形成させた。

ついで表面が清浄された純石英ガラスロッド（直径8mm）を該クラッド層つきチューブ内に挿入し、第1表に示されるように調整されたガ

ラス表面変性処理ガスをガラスロッドとガラスチューブとの間隙に連続供給し、ガラスロッドとガラスチューブを中心軸のまわりに60rpmで同期回転させながら、ガラスチューブの外面を、酸水素バーナを用いて100mm/分の速度でガラスチューブに平行に10回反復移動させてガラスロッドとガラスチューブとを加熱して変性処理を行なった。酸水素バーナで加熱されている部分のチューブ外表面の温度は赤外線温度計で測定したところ、約1800℃であった。

前記変性処理ののち直ちにガラスロッドとガラスチューブをひきつづき中心軸のまわりに60rpmの速度で同期回転させながら、酸水素バーナでガラスチューブを2200℃に加熱して潰し、ガラスロッドとガラスチューブとを融着一体化させてさらに石英管を被覆し外径20mmの光ファイバ母材をえた。

前記のごとくえられた光ファイバ母材をカーボン抵抗炉により2200℃に加熱しながら40m/分の速度で線引きし、コア径50 $\mu$ m、クラッド径

125 $\mu$ mの光ファイバをえた。

えられた光ファイバの物性として波長1.3 $\mu$ mにおける光伝送損失および光ファイバ中におけるOH基含有濃度を求めた。その結果を第1表に併記する。

〔以下余白〕

第 1 表

実施例 番 号	クラッド形成ガスの流量(cc/分)					ガラス表面変性処理ガスの 組成(容量%)			物 性	
	SiCl <sub>4</sub>	BF <sub>3</sub>	O <sub>2</sub>	BCl <sub>3</sub>	SiF <sub>4</sub>	Cl <sub>2</sub>	Ar	O <sub>2</sub>	光伝送損失 (dB/km)	OH基含有 濃度(ppb)
1	300	250	800	—	—	100	0	0	0.8	50
2	300	—	900	100	250	90	10	0	0.8	50
3	300	250	800	—	—	80	0	20	0.8	70
4	300	250	800	—	—	80	10	10	0.8	70
比較例 1	300	250	800	—	—	70	0	30	1.5	200
2	300	250	800	—	—	50	0	50	2.0	1000
3	300	250	800	—	—	10	0	90	7.4	5000

## 〔発明の効果〕

本発明の製造方法によれば、ガラス表面変性処理ガスに含有される塩素濃度が80容量%以上であっても光の散乱損失が小さく、光の伝送損失がほとんどない光ファイバ母材を効率よく、かつ高い歩留りで比較的容易に製造することができるので、本発明の光ファイバ母材の製造方法は、低損失光ファイバの量産技術として優れたものである。

特許出願人 大日日本電線株式会社

代理人弁理士 朝日奈 宗太ほか1名

